

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2002-173777  
(43)Date of publication of application : 21.06.2002

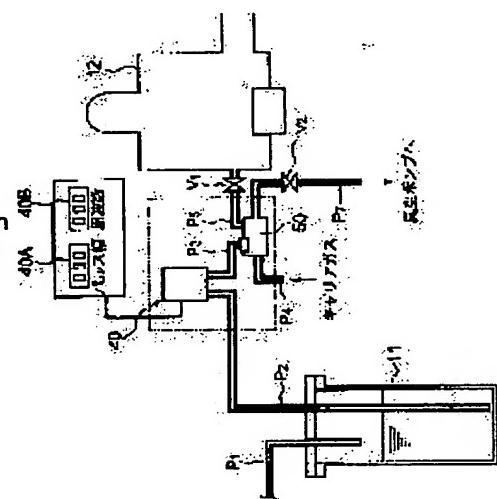
(51)Int.Cl. C23C 16/448  
H01L 21/205  
H01L 21/31

(54) LIQUID METAL VAPORIZATION UNIT FOR CVD SYSTEM, AND VAPORIZATION METHOD

(57) Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide a vaporization unit for CVD system by which liquid metal of minute flow rate can be accurately controlled and supplied and a waste of expensive liquid-metal sources can be avoided and which can easily cope with the various liquid-metal sources having different characteristics and also to provide a vaporization method.

**SOLUTION:** The liquid metal vaporization unit for CVD system has a liquid- metal flow-rate controller 40 and a vaporizer 50. In the flow-rate controller, a valve for opening and closing its flow passage can be controlled by both pulse width 40A and frequency 40B, and the liquid metal controlled by the flow-rate controller is introduced in the form of fine particles into the vaporizer.



## **LEGAL STATUS**

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

**\* NOTICES \***

JPO and NCIP are not responsible for any  
damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

**CLAIMS**

---

**[Claim(s)]**

[Claim 1] It is the liquid metal evaporation unit which is a liquid metal evaporation unit for a CVD system, has a metal liquid flow controller and a carburetor, and is characterized by feeding intermittently into a carburetor the metal liquid which is [ bulb / by which this flow controller opens and closes the passage ] controllable in both pulse width and a frequency, and was controlled by this flow controller as a minute grain.

[Claim 2] The above-mentioned carburetor is a liquid metal evaporation unit according to claim 1 characterized by having a heater block inside and constituting the indoor pressure with the evaporation room container of a controllable capacity.

[Claim 3] The above-mentioned evaporation room container is a liquid metal evaporation unit according to claim 2 characterized by being cylindrical and equipping the lid core with the metal gas delivery tube.

[Claim 4] The liquid metal evaporation unit according to claim 2 or 3 characterized by preparing the gage for pressure monitors, and the pressure control valve in the above-mentioned evaporation room container.

[Claim 5] The liquid metal evaporation unit according to claim 1 to 4 characterized by having a heater block in the above-mentioned carburetor, and having a hollow throwing a metal liquid into the top face of this block.

[Claim 6] It is the liquid metal evaporation unit according to claim 1 to 4 which has a heater block in the above-mentioned carburetor, and is characterized by the top face of this block being a dome-like.

[Claim 7] The liquid source which is the evaporation approach of the metal liquid for a CVD system, and is fed into a carburetor is the evaporation approach in which minute granulation is carried out by the flow controller and which is characterized by carrying out sequential evaporation by throwing in this minute grain on a heater block.

[Claim 8] The minute granulation by the above-mentioned flow controller is the evaporation approach according to claim 7 characterized by being controllable on both the pulse width and a frequency in the drive current for a flow controller.

[Claim 9] The inside of the evaporation room container for the carburetor with which the above-mentioned liquid source is thrown in is the evaporation approach according to claim 7 or 8 characterized by always being controlled by the pressure monitor gage and the control valve by the optimal \*\*.

---

[Translation done.]

**\* NOTICES \***

JPO and NCIP are not responsible for any  
damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

**DETAILED DESCRIPTION**

---

**[Detailed Description of the Invention]****[0001]**

[Industrial Application] This invention relates to the evaporation unit of a CVD system which has the bulb which carries out minute amount adequate supply of the metal liquid source at an evaporation unit, the pipe line, and a controlling mechanism for it, and has the still more nearly optimal jet nozzle for the evaporation unit in the CVD system which forms membranes by making the metal liquid source evaporate and introducing into a plasma chamber.

**[0002]**

[Description of the Prior Art] In order to secure the engine performance at the time of detailed-izing, installation of an exotic material is needed for a capacitor, wiring, etc., as the densification of DRAM progresses. In such a device, development of high dielectric film ingredients, such as 2OTa5 film with a big dielectric constant-ed (epsilon) as an ingredient of the capacitor film, Ba and Sr, TiO<sub>3</sub> film (it is hereafter described as the BST film), and 2Oaluminum3 film, and application are activating. In that case, by 2OTa5 film, it is the metal liquid source, and what is mainly used as membranous material makes three sorts of metal liquid sources, barium, strontium, and titanium, evaporate, it introduces the gas into a plasma chamber, and forms membranes with a PENTO ethoxy tantalum (Ta(OC<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)<sub>5</sub>) and the BST film. 2Oaluminum3 film also makes the metal liquid source (for example, alkylaluminum) evaporate, and development is progressing towards forming membranes similarly.

[0003] Although the manufacturing installation used for such membrane formation is called a heat CVD system or plasma-CVD equipment, also in the membrane formation method of which type, it is very important for it how it is efficient and the metal liquid source is stably introduced into a processing room. If it depends on the class of metal liquid ingredient, there is also an ingredient with very low vapor pressure (rate used as the gas in the boiling point), the stable installation is very difficult, and in order to bring a membranous property close to a theoretical value, it is also an important element to press down the impurity incorporated in the film. Moreover, there is what has very big molecular weight in the metal liquid ingredient used for such membrane formation, and it depends on the liquid supply system and an evaporation method also for the pressure of the carrier gas for introducing to a processing room, and a flow rate greatly. And if it carries out from a viewpoint of the impurity in the film mentioned above, it is also important to stop the flow rate of carrier gas as low as possible.

[0004] On the other hand, when evaporating the metal liquid of a very small flow rate regularly, it becomes possible by supplying a metal liquid to the plate or block heated by the boiling point temperature stably. Considering metal liquid supply with a very small flow rate of 0.02 cc/m - about 0.1 cc For example, when a bore is the metal liquid regurgitation nozzle which is about 0.1mm, surface tension works at the nozzle tip. In order to fall when the gravity of the grain of a metal liquid exceeds it, and to reach the above-mentioned plate or a block, even if a metal liquid serves as a big grain, it takes a lot of heat temporarily in the case of evaporation and all metal liquids evaporate Since rapid pressure fluctuation happens, it becomes impossible to perform stable evaporation continuously.

[0005] How to make the metal liquid which has oozed from a nozzle tip to the approach of blowing off in the shape of Myst to the approach of making the plate for making it evaporating to the 1st, using the metal liquid itself as a small grain or a block reaching, and the 2nd, and spraying a metal liquid on a plate or a block as a cure for preventing such fault, and the 3rd evaporate with the heated hot carrier gas etc. is considered.

[0006] However, when making it the shape of Myst and spraying a metal liquid, the gas of the early rate of flow is indispensable, and the flow rate of the carrier gas and control of temperature are very difficult.

Moreover, when making the metal liquid which has oozed from a nozzle tip evaporate with hot carrier gas, in order to have to make the metal liquid which needs a lot of heat of vaporization evaporate using a gas with small heat capacity, a lot of hot carrier gas is needed. However, when membrane formation conditions are considered, it is not desirable to use a lot of carrier gas from the reasons that the pressure field at the time of membrane formation (process window) becomes narrow, nil why control of the carrier gas component incorporated in the film is difficult, etc.

[0007] It is as following when the carburetor shown below at the massflow controller shown at the evaporation unit and drawing 10 in drawing 9 that the trouble should be conventionally examined about such a well-known example, drawing 11, and drawing 12 is examined, respectively. That is, in drawing 9, main configuration means to constitute the evaporation unit 10 are a massflow controller 20 and a carburetor 50, and by supplying feeding gas, such as gaseous helium, from tubing P1 on the oil level of the raw material container 11, the metal liquid source contained by the raw material container 11 is sent to a massflow controller 20 through tubing P2, is controlled by very small constant flow here, and is fed by the carburetor 50 from tubing P3. On the other hand, carrier gas, such as ARUKONGASU, is sent to this carburetor 50 through the carrier gas installation tubing P4, and the metal gas which became a gas in the carburetor 50 is supplied to the plasma chamber 12 in a CVD system through the metal gas delivery tube P5 with this carrier gas.

[0008] drawing 10 -- the above -- it is an example of the massflow controller 20 used for the well-known evaporation unit 10, and consists of a part of the flow rate sensor 21 of a format which detects heating-value change of the capillary tube 21 made from stainless steel A part which passes a metal liquid by electronic cooling element (Peltier device) 21B, and a part of the control-of-flow bulb 26 driven with the output of this flow rate sensor. And with the comparison output of the flow rate output signal 22 of this flow rate sensor 21, and the flow rate setting signal 23, through valve drive electronics 25, the piezo actuator 27 of the control-of-flow bulb 26 is driven, as a result, the variation rate of the metal diaphragm 28 is carried out, and the flow rate of the metal liquid in the output duct section 29 is controlled to a very small setting flow rate.

[0009] Drawing 11 shows an example of an evaporation unit conventionally which used the well-known massflow controller 20 like the above. The introductory tubing P3 of a metal liquid is connected to the center section of the evaporation section 30 which consists of stainless steel tube manufacturing with a bore of about 8mm. On the other hand, the metal gas delivery tube P5 for the metal gas and carrier gas after evaporation is formed in the introductory tubing P4 of the carrier gas which is inert gas like [ an edge ] Ar, and an another side edge. the interior -- evaporation of a metal liquid -- a line crack -- being easy -- appearance is filled up with the globular form with a diameter of about 0.5mm, for example, the metal ball made from Ti.

[0010] The heating heater 31 for carrying out a temperature up to the optimum temperature at the time of a metal liquid evaporating is wound around the periphery of the evaporation section 30. The massflow controller 20 for the control of flow of a metal liquid is connected to the supply pipe P3 of the metal liquid source. With such structure, the temperature control of each metal ball is impossible, the ununiformity of the temperature by evaporation near the entry of a liquid and in the other location occurs, and uniform evaporation is difficult. Moreover, since evaporation needs to optimize three elements of the flow rate of a metal liquid, the flow rate of carrier gas, and control temperature, it is a fault that the service-condition range is also very narrow. Furthermore, since time amount will be taken before the evaporated metal gas reaches to the plasma chamber 12 (drawing 9) which is the point of use, in the equipment with which a high membrane formation rate like plasma-CVD equipment is demanded, there is also a fault from which it becomes difficult to control membranous quality.

[0011] As shown in drawing 12, control-of-flow bulb 26 part inside a massflow controller is taken out outside, and the evaporation unit which formed the metal gas delivery tube P5 for the heating heater 31 for evaporation, the carrier gas installation tubing P4 and carrier gas, and the metal gas after evaporation in the lower part is also devised. The flow rate of the metal liquid source is performed by the congruence directional control of the opening of a flow rate value and the control-of-flow bulb 26 in mass flow meter. However, if a control section is in the evaporation unit of such a format By the minimum called the diameter of 0.2mm or less, the size of the metal liquid source supply pipe P3 introduced from the control-of-flow bulb 26 to the evaporating tray of the heating heater 31 upper part And when the outlet and the evaporation section of this supply pipe P3 were extremely close, there was a fault that the temperature control at the time of evaporation was difficult for the heat of the heating heater 31 affecting control of flow etc., and it lacked in stability.

[0012] Furthermore, in the evaporation unit which has a metal liquid feeder style in the plasma CVD like

\*\*\*\*, full evaporation of a metal liquid was greatly dependent on the flow rate of the gas used as a carrier, and temperature, and since the bore of a metal liquid charging line was small, it also had the problem of being easy to generate \*\*\*\*\* of piping. Moreover, since a metal liquid dresses up in such equipment and fine control cannot be performed, the expensive metal liquid source is to be vainly consumed, although the sequence of time amount other than membrane formation of the conveyance middle class having made the metal liquid source of tales doses evaporating to a plasma reactor, and having discarded the metal liquid source made evaporating during membrane formation to a vent line was constructed and the stability of a membrane-formation process has been measured with the above-mentioned plasma-CVD equipment.

[0013]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] This invention can carry out the control supply of the metal liquid of a very small flow rate correctly, excludes the futility of the expensive metal liquid source, and offers the evaporation unit and the evaporation approach of a CVD system which can respond easily to the metal liquid source with which various properties differ by solving above-mentioned various troubles, it being cheap and offering the evaporation unit whose adequate supply is possible, improving the existing liquid feeder especially and combining the carburetor suitable for this.

[0014]

[Means for Solving the Problem] It has a metal liquid flow controller and a carburetor, and invention concerning the equipment of this invention is a liquid metal evaporation unit for a CVD system, and it is [ this flow controller is / bulb / which opens and closes the passage / controllable in both pulse width and a frequency and ] a liquid metal evaporation unit characterized by feeding into a carburetor the metal liquid controlled by this flow controller as a minute grain. Furthermore, the carburetor had the heater block inside, and a controllable capacity, for example, a cylinder-like evaporation room container, constituted the indoor pressure, and it equips the lid section with the metal gas delivery tube. In an evaporation room container, the gage for pressure monitors and a pressure control valve are prepared, and it has a hollow to throw a metal liquid into the top face of a heater block in it, or is characterized by the top face of the block being a dome-like. The liquid source which is the evaporation approach of the metal liquid for a CVD system, and is fed into a carburetor in the approach of this invention While a flow controller controllable on both pulse width and a frequency carries out minute granulation of that drive current and carrying out sequential evaporation by throwing in this minute grain on a heater block The inside of the evaporation room container for the carburetor with which the liquid source is thrown in is the evaporation approach characterized by always being controlled by the pressure monitor gage and the control valve by the optimal \*\*.

[0015]

[Embodiment of the Invention] The example of plasma-CVD equipment explains the gestalt of operation concerning this invention by drawing 1 - drawing 8. Drawing 1 shows the outline of the metal gas transfer unit to the plasma chamber 12 in plasma-CVD equipment which has an evaporation unit concerning this invention, and supply of the metal liquid to an evaporation unit is performed conventionally like equipment by [ which are shown in drawing 9 ] supplying feeding gas from tubing P1 on the metal liquid level of the liquid metal raw material container 11. And a metal liquid is sent to a flow controller 40 through tubing P2, by controlling pulse width and a frequency by the control panels 40A and 40B of this controller according to an individual, respectively, the controlled metal liquid source of a very small flow rate is sent to a carburetor 50 through tubing P3, and the metal gas further evaporated with this carburetor 50 is sent to the plasma chamber 12 through the metal gas delivery tube P5 and a bulb V1.

[0016] And the vent line is prepared in the carburetor 50 and the tubing P7 for it is enabling pressure accommodation in this carburetor 50, and abandonment of non-used metal gas by connecting with a vacuum pump through a bulb V2. In addition, from the carrier gas installation tubing P4, carrier gas, such as Ar, is fed into a carburetor 50 conventionally like equipment.

[0017] Drawing 2 is the sectional view (A) and side elevation (B) of the liquid flow controller 40 shown in drawing 1 showing the outline of the liquid constant feeding bulb 41 especially. The housing 42 which makes the frame of a bulb 41 is constituted considering one of these as tubed part 42A, and the core 43 is held in tubed part 42A of this housing 42 so that clearly [ this drawing (A) ]. A coil 44 is wound around the tubed part 42A periphery of housing 42, it is the coil ferrules 45 and 45 about this coil 44 order, and the periphery is further fixed to this tubed part 42A with the sheathing sheet 46, respectively.

[0018] It is energizing in the valve seat 48 direction which Plunger P is contained by \*\* 47 prepared over head 42B of housing 42 as well as the point of tubed part 42A of housing 42, and this plunger P and the edge of a core 43 are connected through Spring S, and is supported possible [ sliding of Plunger P ] to a core 43, and mentions Plunger P later.

[0019] On the other hand to \*\* 47 prepared in the core of the above-mentioned housing head 42B A valve seat 48 is inserted in the condition of blockading the edge, and so that more clearly [ this especially valve seat 48 / by a diagram (B) ] Two fluid channels 49A and 49B are formed, and the fluid channel located in the core of one [ at least ] of these of a valve seat 48 is formed in the shape of a nozzle, and is formed as discharge-side path 49B which sends out a fluid to the carburetor part mentioned later. In addition, this discharge-side path 49B is connected with the metal liquid injection tubing P6 in a carburetor 50 so that it may mention later.

[0020] Between the \*\* 47 side-edge section of these two fluid channels 49A and 49B, and the valve seat 48 side-edge section of the above-mentioned plunger P, when the end face of Plunger P repeats \*\* side edge opening of both the fluid channels 49A and 49B, contact, and alienation, it is constituted so that between openings which are the \*\* side edges of these both fluid channels may be intercepted or it can be open for free passage. Therefore, if Plunger P moves to the left in drawing and between openings of both the fluid channels 49A and 49B will be in a free passage condition, a fluid can be supplied to fluid discharge-side path 49B through the above-mentioned room 47 between the free passage condition from fluid supply side path 49A.

[0021] The control panels 40A and 40B of the controller 40 in drawing 1 are connected to the above-mentioned coil 44. And a core 43 is made to generate suction magnetism according to the pulse-like current impressed to this coil 44, the reaction force of Spring S is resisted, Plunger P is slid intermittently, and intermittence actuation between fluid channel 49A which is the important section of the above-mentioned bulb 41, and 49B is performed.

[0022] Since the outline is known in valve controls, such as an ink jet printer, although the control panels 40A and 40B of such a controller are also omitted for details, they are controllable to a 0.1msec unit from 0.0msec to 9.9msec(s) by control panel 40A. [ of the pulse width of the current pulse impressed to the above-mentioned coil 44 ] Moreover, by control panel 40B, 1Hz also of the frequency is also minced, it comes out of it from 1Hz to 999Hz, it is supposed that it is controllable, and the very small liquid flow rate of arbitration can be controlled free by controlling the pulse width of a current and the both sides of a frequency which are impressed to these coils 44. Furthermore, the control of flow of a liquid becomes possible by setup of this bulb open time amount and a count, and control of the liquid from which viscosity differs by selection of piping bore size also becomes easy.

[0023] Drawing 3 and drawing 4 show the example from which the carburetor 50 shown in above-mentioned drawing 1 differs. In drawing 3 , a carburetor 50 consists of a cylindrical cup 51 which has a cylinder-like evaporation room, and a lid 52 which seals this, and the metal liquid injection tubing P6 is being fixed at least to the abbreviation core of this lid 52. Moreover, the heater block 53 for evaporating the metal liquid supplied directly under this injection tubing P6 from introductory tubing is arranged, and the heater 54 for heat-of-vaporization supply is laid under the interior of the heater block 53.

[0024] The hollow 55 which constitutes a liquid reservoir is formed in that upper limit side, and the metal liquid of pole small quantity intermittently thrown in from the metal liquid injection tubing P6 is made to reach the target in the heater block 53 of this format by this hollow 55. And the carrier gas installation tubing P4 and the metal gas delivery tube P5 are connected with the lower part part and lid 52 of a cylindrical cup 51, respectively like the carburetor 50 which shows the above-mentioned carburetor 50 to drawing 9 , and abbreviation. Moreover, in the carburetor 50 of this invention, the tubing P7 for constituting a vent line is connected with the upper part part of a cylindrical cup 51, and it connects with the vacuum pump (not shown) through the bulb V2.

[0025] Although the carburetor 50 of the format shown in drawing 4 is the same structure as a thing and abbreviation shown in above-mentioned drawing 3 , it has formed the metal gas delivery tube P5 in the core of a lid 52 in this example. By considering as such a configuration, the metal gas generated in the cylindrical cup 51 in a carburetor 50 can be fed into a plasma chamber in the state of more uniform concentration to carrier gas. Moreover, although the metal liquid injection tubing P6 is installed in eye others by the periphery of the above-mentioned lid 52, since installation into the carburetor of the metal liquid source in this invention is made to carry out injection impact intermittently in the state of a granule so that it may mention later for details by the heater block 53, trouble is not caused to installation of the metal liquid source at all. In addition, tubing P7 and a bulb V2 constitute a vent line like the case of drawing 3 .

[0026] In the example shown in drawing 5 and drawing 6 , the pressure in the cylindrical cup 51 in a carburetor 50 is controllable by opening and closing the pressure control valve V3 according to the output of the gage 58 for pressure monitors connected by the tubing P8 other than a configuration of being shown in drawing 3 R> 3 and drawing 4 to arbitration. In especially the evaporation section, this is very important, in

order [ in the carburetor produced by evaporation of the metal liquid which reached the heater block 53, the pressure buildup by carrier gas installation, and the pressure drawdown by connection to the plasma chamber 12 ] to maintain pressure-equilibrium. And in order to enable control of such a pressure, carburetor 50 the very thing had the capacity as a pressure room, for example, needs to be used as the cylindrical cup 51.

[0027] In addition, although the cylindrical cup 51 explains the container for an evaporation room if it is in the example in above-mentioned drawing 3 - drawing 6, the configuration of the container for the evaporation room in the evaporation unit of this invention may not be especially limited to the above-mentioned thing, and may be an ordinary cube type.

[0028] Drawing 7 and drawing 8 show the cross section of an example which was installed in the outline center section of the cylindrical cup 51 of the above-mentioned carburetor 50 and where the heater blocks 53 differ. In drawing 7, the hollow 55 for [ liquid pool ] is established in the top face of the approximate circle pillar-shaped heater block 53, and the minimum metal liquid grain intermittently thrown in by dropping or flight once reaches the target in this hollow, and is evaporated. If it is in such a heater block, since the location of the metal liquid which should be evaporated is decided, point control of temperature is easy, and it is convenient when it is the metal liquid which is easy to carry out the Yoshinari \*\*\*\*\*.

[0029] The top face of the same cylindrical block 53 as a thing and abbreviation which shows other heater blocks 53 shown in drawing 8 to drawing 7 has the dome-like side 56. Therefore, the minute metal liquid grain made to trickle or fly like \*\*\*\* reaches the surface crowning of this dome-like side 56, and while flowing down along this dome-like front face after that, it is evaporated. In such a heater block, in order to contact a heater block front face by the product with the larger metal liquid which flows down along a dome-like front face, transfer of heat becomes good, vapor pressure is low, namely, when it is the metal liquid which is hard to evaporate, it is convenient. In addition, it cannot be overemphasized that it is heated by the optimum temperature corresponding to the class of metal with which the heater 54 is laid under the interior, and any heater block 53 shown in drawing 7 R> 7 and drawing 8 is evaporated.

[0030] Next, the actuation is explained about the equipment concerning the invention in this application. The metal liquid for the evaporation unit of this invention shown in drawing 1 is contained by the liquid metal raw material container 11, and is fed [ by / which is feeding gas / supplying gaseous helium from tubing P1, for example ] by the carburetor 50 through the liquid flow controller 40 from tubing P2 by the pressure. At this time, control panels 40A and 40B are set up suitably, and the pulse width and the frequency of a current which are impressed to that coil 44 are set up.

[0031] Thus, when the plunger P of the controller 40 shown in drawing 2 reciprocates intermittently corresponding to the minimum flow rate of the fluid determined by the pulse width of the force current to a coil 44, and the product of a frequency Between fluid channel 49A and 49B is opened and closed, and the metal liquid source corresponding to this open time amount is breathed out in a carburetor 50 according to this from the metal liquid injection tubing P6 which shows only microscopic small unit quantity to drawing 3 - drawing 6 through fluid channel 49B and tubing P6.

[0032] After the microscopic small quantity of one batch corresponding to the control pulse width of face of the above-mentioned controller 40 is supplied towards the heater block 53 from injection tubing P6 tip as a metal fluid grain and is made to reach the metal source from the above-mentioned metal liquid injection tubing P6 by the part corresponding to the top-face configuration of the heater block 53, it is evaporated by the evaporation mode according to the property of the metal liquid.

[0033] The tubing P8 which has the pressure monitor gage 57 which detects the pressure control valve V3 and the pressure in a cylindrical cup 51 is formed in the tubing P7 which constitutes the vent line other than a configuration of that each is shown in the carburetor 50 shown in drawing 5 and drawing 6 at above-mentioned drawing 3 and drawing 4, respectively. And the pressure in the cylindrical cup 51 of a carburetor 50 is always made controllable the optimal by operating the pressure control valve V3 with the output of this pressure monitor gage 57.

[0034] The metal gas which occurred is introduced into the plasma chamber 12 through tubing P5 in the condition of having been spread in the carrier gas from tubing P4. In this way, at the time of membrane formation Although perform fixed evaporation, the bulb V1 (refer to drawing 1) between the metal gas delivery tube P5 and the plasma chamber 12 which is a processing room is closed, the bulb V2 of a vent line connected to the carburetor 50 is opened and the outlet of metal gas is changed Under the present circumstances, the pressure condition in a carburetor can be kept constant with the above-mentioned pressure control valve V3.

[0035]

[Effect of the Invention] Since pulse width, the flow controller which can control both frequencies, and the carburetor for the liquid metal by which minute granulation was carried out by this controller are combined according to the liquid metal evaporation unit or the evaporation approach of this invention, precise control of the metal liquid flow rate in a very small flow rate can be attained, and the temperature change at the time of the evaporation, gas pressure fluctuation, etc. can be stabilized. Moreover, the flow controller itself can be managed with amelioration of a well-known thing, and it can offer a cheaper evaporation unit. Furthermore, control of the pressure fluctuation in a carburetor container is enabled positively, and also the effectiveness according to rank of being able to generate the optimal evaporation condition according to the class of metal fluid is done so.

---

[Translation done.]

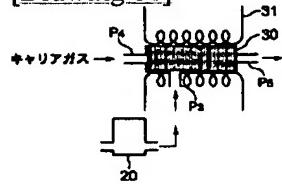
## \* NOTICES \*

JPO and NCIPPI are not responsible for any  
damages caused by the use of this translation.

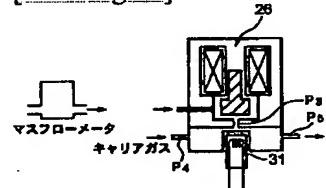
1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

## DRAWINGS

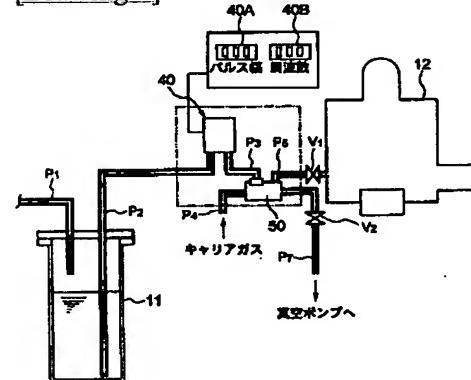
[Drawing 11]



[Drawing 12]

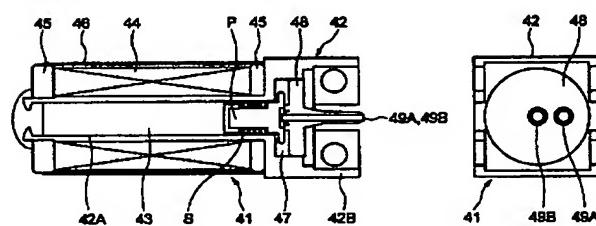


[Drawing 1]

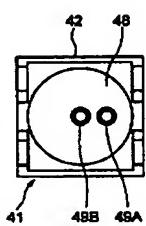


[Drawing 2]

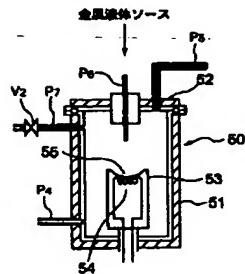
(A)



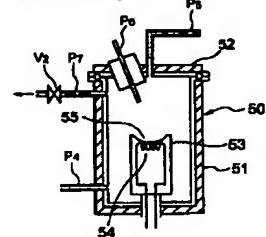
(B)



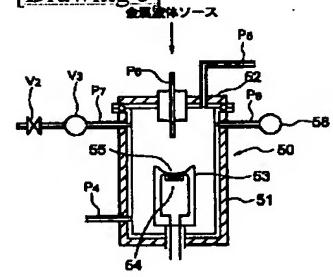
[Drawing 3]



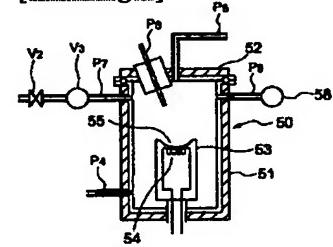
[Drawing 4]



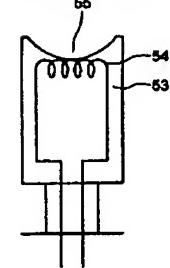
[Drawing 5]



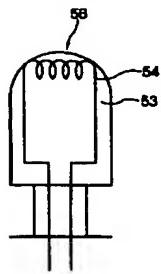
[Drawing 6]



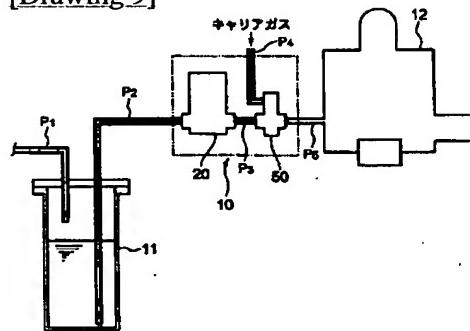
[Drawing 7]



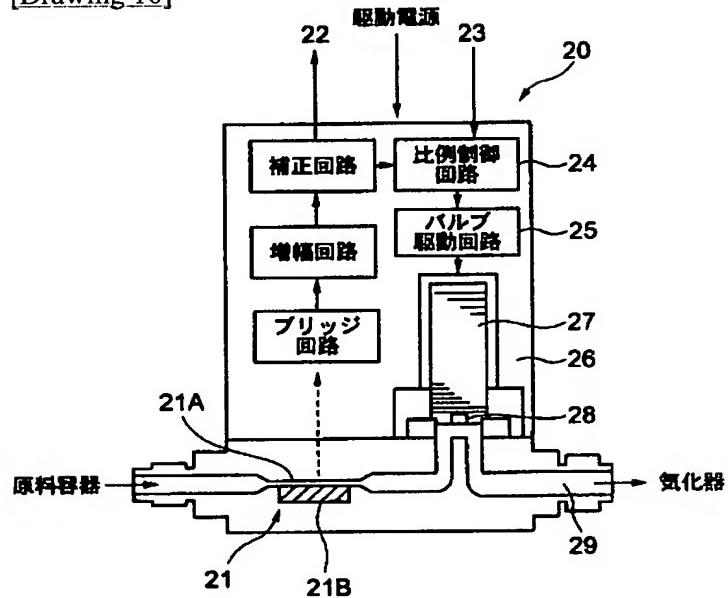
[Drawing 8]



[Drawing 9]



[Drawing 10]



[Translation done.]

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2002-173777

(43)Date of publication of application : 21.06.2002

(51)Int.CI.

C23C 16/448  
H01L 21/205  
H01L 21/31

(21)Application number : 2000-367239

(71)Applicant : C BUI RES:KK  
KISHU GIKEN KOGYO KK

(22)Date of filing : 01.12.2000

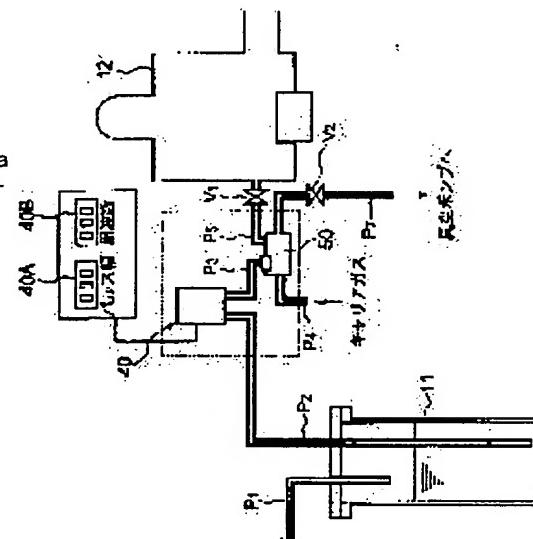
(72)Inventor : KAWAURA HIROSHI  
KOMOTO TETSUYA

## (54) LIQUID METAL VAPORIZATION UNIT FOR CVD SYSTEM, AND VAPORIZATION METHOD

## (57)Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide a vaporization unit for CVD system by which liquid metal of minute flow rate can be accurately controlled and supplied and a waste of expensive liquid-metal sources can be avoided and which can easily cope with the various liquid-metal sources having different characteristics and also to provide a vaporization method.

**SOLUTION:** The liquid metal vaporization unit for CVD system has a liquid-metal flow-rate controller 40 and a vaporizer 50. In the flow-rate controller, a valve for opening and closing its flow passage can be controlled by both pulse width 40A and frequency 40B, and the liquid metal controlled by the flow-rate controller is introduced in the form of fine particles into the vaporizer.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号  
特開2002-173777  
(P2002-173777A)

(43)公開日 平成14年6月21日(2002.6.21)

(51)Int.Cl.  
C 23 C 16/448  
H 01 L 21/205  
21/31

識別記号

F I  
C 23 C 16/448  
H 01 L 21/205  
21/31

テマコト(参考)  
4 K 0 3 0  
5 F 0 4 5  
C

審査請求 未請求 請求項の数9 O.L (全8頁)

(21)出願番号 特願2000-367239(P2000-367239)

(22)出願日 平成12年12月1日(2000.12.1.)

(71)出願人 396010786  
株式会社シー・ヴィ・リサーチ  
東京都大田区南六郷3-19-2  
(71)出願人 391040870  
紀州技研工業株式会社  
和歌山県和歌山市布引466番地  
(72)発明者 川浦 廣  
東京都大田区南六郷3-19-2 株式会社  
シー・ヴィ・リサーチ内  
(74)代理人 100105625  
弁理士 土井 清暢

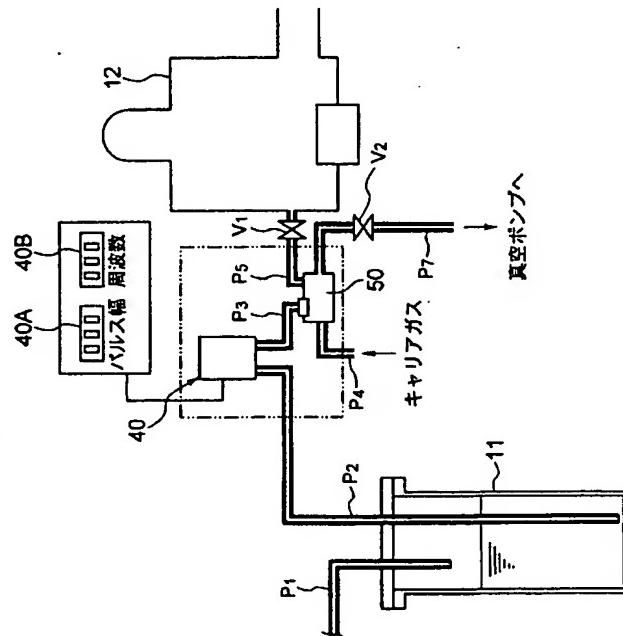
最終頁に続く

(54)【発明の名称】 CVD装置の金属液体気化ユニット及び気化方法

(57)【要約】

【課題】 本発明は微少流量の金属液体を正確に制御供給でき、高価な金属液体ソースの無駄を省き、種々の特性の異なる金属液体ソースに容易に対応できるCVD装置の気化ユニット及び気化方法を提供する。

【解決手段】 本発明はCVD装置のための液体金属気化ユニットであって、金属液体流量コントローラー40と気化器50とを有し、該流量コントローラーはその流路を開閉するバルブをパルス幅40A及び周波数40Bの両方により制御可能であり、該流量コントローラーにより制御された金属液体が微小粒として気化器に投入されることを特徴とする。



**【特許請求の範囲】**

【請求項1】 CVD装置のための液体金属気化ユニットであって、金属液体流量コントローラーと気化器とを有し、該流量コントローラーはその流路を開閉するバルブをパルス幅及び周波数の両方により制御可能であり、該流量コントローラーにより制御された金属液体が微小粒として間欠的に気化器に投入されることを特徴とする液体金属気化ユニット。

【請求項2】 上記気化器は、内部にヒーターブロックを有し、その室内の圧力を制御可能な容量の気化室容器によって構成されていることを特徴とする請求項1記載の液体金属気化ユニット。

【請求項3】 上記気化室容器は円筒状であり、その蓋体中心部に金属ガス導出管を備えていることを特徴とする請求項2記載の液体金属気化ユニット。

【請求項4】 上記気化室容器には、圧力モニター用ゲージと圧力コントロールバルブが設けられていることを特徴とする請求項2又は3記載の液体金属気化ユニット。

【請求項5】 上記気化器内にはヒーターブロックを有し、該ブロックの上面に金属液体が投入されるための凹所を有することを特徴とする請求項1～4のいずれかに記載の液体金属気化ユニット。

【請求項6】 上記気化器内にはヒーターブロックを有し、該ブロックの上面はドーム状であることを特徴とする請求項1～4のいずれかに記載の液体金属気化ユニット。

【請求項7】 CVD装置のための金属液体の気化方法であって、気化器に投入される液体ソースは流量コントローラーによって微小粒化され、この微小粒をヒーターブロック上に投入することによって順次気化することを特徴とする気化方法。

【請求項8】 上記流量コントローラーによる微小粒化は、流量コントローラーのための駆動電流をそのパルス幅及び周波数の両方で制御可能であることを特徴とする請求項7記載の気化方法。

【請求項9】 上記液体ソースが投入される気化器のための気化室容器内は、圧力モニターゲージ及びコントロールバルブにより常に最適圧に制御されていることを特徴とする請求項7又は8記載の気化方法。

**【発明の詳細な説明】**

**【0001】**

【産業上の利用分野】本発明は、金属液体ソースを気化させてプラズマチャンバーに導入し成膜を行うCVD装置において、金属液体ソースを気化ユニットに微量安定供給するバルブと配管系、及びそのための制御機構を有し、更に、その気化ユニットに最適な噴出ノズルを有するCVD装置の気化ユニットに関する。

**【0002】**

【従来の技術】DRAMの高密度化が進むにつれて、微

細化時の性能を確保する為にキャパシタや配線などに新材料の導入が必要となってきている。この様なデバイスでは、キャパシタ膜の材料として被誘電率( $\epsilon$ )の大きなTa<sub>2</sub>O<sub>5</sub>膜やBa, Sr, TiO<sub>3</sub>膜(以下、BST膜と記す)、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>膜などの高誘電体膜材料の開発、応用が活発化している。その際、主に膜の素材とされるものは金属液体ソースであり、Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>膜ではペントエキシタンタル(Ta(O<sub>2</sub>C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)<sub>5</sub>)、BST膜ではバリウムとストロンチウムとチタンの三種の金属液体ソースを気化させ、そのガスをプラズマチャンバーに導入して成膜する。Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>膜でも金属液体ソース(例えばアルキルアルミニウム)を気化させ、同様に成膜する方向で開発は進んでいる。

【0003】この様な成膜に用いる製造装置は、熱CVD装置又はプラズマCVD装置と呼ばれるものであるが、どちらのタイプの成膜方式においても、金属液体ソースをいかに効率良く、安定的に処理室に導入するかが極めて重要となっている。金属液体材料の種類に拘っては、蒸気圧(沸点における気体となる割合)が極めて低い材料もあって、その安定的導入が非常に困難であり、膜の特性を理論値に近づける為には、膜中に取り込まれる不純物を抑えることも重要な要素である。また、この様な成膜に用いられる金属液体材料には分子量が非常に大きなものもあり、処理室へ導入する為のキャリアガスの圧力、流量もその液体供給方式、気化方式に大きく依存する。そして、前述した膜中の不純物という観点からすれば、キャリアガスの流量をなるべく低く抑えることも重要である。

【0004】一方、微少流量の金属液体を定的に気化する場合、金属液体をその沸点温度に加熱されたプレートもしくはブロックに安定的に供給することにより可能となる。毎分0.02CC～0.1CC程度の微少流量の金属液体供給を考えると、例えば内径が0.1mm程度の金属液体吐出ノズルの場合、そのノズル先端では表面張力が働き、金属液体の粒の重力がそれを上回った時に落下して前述のプレートもしくはブロックに到達する為、金属液体は大きな粒となり、気化の際一時的に大量の熱を奪い、仮に金属液体全てが気化したとしても、急激な圧力変動が起こるために安定的な気化を連続して行うことは不可能となる。

【0005】この様な不具合を防ぐ為の対策としては、第1に、金属液体自体を小さい粒として、気化させるためのプレートもしくはブロックに到達させる方法、第2に、金属液体をミスト状に吹き出してプレートもしくはブロックに吹き付ける方法、第3に、ノズル先端から滲み出てきた金属液体を、加熱されたホットキャリアガスで気化させる方法等が考えられている。

【0006】しかし、ミスト状にして金属液体を噴霧する場合には、早い流速の気体が必要不可欠であって、そのキャリアガスの流量と温度の制御は極めて困難であ

る。また、ノズル先端から滲み出てきた金属液体をホットキャリアガスで気化させる場合には、熱容量の小さい気体を用いて、多量の気化熱を必要とする金属液体を気化させなければならない為、大量のホットキャリアガスが必要となる。ところが、成膜条件を考えた場合、成膜時の圧力領域（プロセスウィンドウ）が狭くなること、膜中に取り込まれるキャリアガス成分のコントロールが困難であること等の理由から、大量のキャリアガスを用いることは好ましくない。

【0007】以下に、この様な従来公知の具体例についてその問題点を検討すべく、図9における気化ユニット及び図10に示すマスフローコントローラー、図11、図12に示す気化器について夫々検討すると次のとくである。すなわち図9において、気化ユニット10を構成する主要な構成手段はマスフローコントローラー20及び気化器50であって、原料容器11に収納されている金属液体ソースは、その原料容器11の液面上に例えばヘリウムガス等の圧送ガスを管P1から供給することによって、管P2を通してマスフローコントローラー20に送られ、ここで微少の一定流量に制御されて管P3から気化器50に送給される。一方、該気化器50にはキャリアガス導入管P4を介してアルコンガス等のキャリアガスが送られ、気化器50において気体となった金属ガスは該キャリアガスと共に金属ガス導出管P5を介して、CVD装置におけるプラズマチャンバー12に供給されるものである。

【0008】図10は、上記公知の気化ユニット10に用いられるマスフローコントローラー20の一例であり、金属液体を通過させるステンレス製毛細管21A部分の熱量変化を電子冷却素子（ペルチエ素子）21Bによって検出する形式の流量センサー21の部分と、該流量センサーの出力によって駆動される流量制御バルブ26の部分からなっている。そして、該流量センサー21の流量出力信号22と流量設定信号23との比較出力によってバルブ駆動回路25を介して、流量制御バルブ26の例えればピエゾアクチュエータ27を駆動し、その結果メタルダイヤフラム28を変位させ、出力管路部29における金属液体の流量を微少設定流量にコントロールするものである。

【0009】図11は、上記のごとき公知のマスフローコントローラー20を用いた従来気化ユニットの一例を示している。内径8mm程度のステンレス製管からなる気化部30の中央部には金属液体の導入管P3が接続されており、一方端にはA<sub>r</sub>の様な不活性ガスであるキャリアガスの導入管P4、他方端には気化後の金属ガスとキャリアガスのための金属ガス導出管P5が設けられており、内部には金属液体の気化が行われやすい様に、直径0.5mm程度の球形の、例えはTi製の金属ボールが充填されている。

【0010】気化部30の外周には、金属液体が気化す

る際の最適温度に昇温させるための加熱ヒーター31が巻かれている。金属液体ソースの供給管P3には、金属液体の流量制御のためのマスフローコントローラー20が接続されている。この様な構造では、各々の金属ボールの温度制御は不可能であり、液体の入り口付近とそれ以外の場所での気化による温度の不均一が発生し、一様の気化が難しい。また、気化は金属液体の流量、キャリアガスの流量、制御温度の3要素を最適化する必要がある為、使用条件範囲が非常に狭いことも欠点である。更に、気化した金属ガスがユースポイントであるプラズマチャンバー12（図9）へ到達するまでに時間がかかる事から、プラズマCVD装置の様な高い成膜速度が要求される装置においては、膜質をコントロールすることが困難となる欠点もある。

【0011】図12に示すごとく、マスフローコントローラー内部の流量制御バルブ26部分を外部に取り出し、その下部に気化の為の加熱ヒーター31とキャリアガス導入管P4、キャリアガスと気化後の金属ガスのための金属ガス導出管P5を設けた気化ユニットも考案されている。金属液体ソースの流量は、マスフローメーターによる流量値と流量制御バルブ26の開度の双方向制御により行われる。しかしながら、制御部がこの様な形式の気化ユニットにあっては、流量制御バルブ26から加熱ヒーター31上部の気化皿へ導入される金属液体ソース供給管P3のサイズが直径0.2mm以下という極小で、しかも、該供給管P3の出口と気化部とが極めて近接していることにより、加熱ヒーター31の熱が流量制御に影響を与えるなど、気化時の温度制御が困難であり、安定性に欠けるという欠点があった。

【0012】更に、上述のごときプラズマCVDにおける金属液体供給機構を有する気化ユニットでは、金属液体の完全気化はキャリアとなるガスの流量、温度に大きく依存し、金属液体供給配管の内径が小さい為、配管のつまりが発生しやすい等の問題もあった。また、上記プラズマCVD装置では、成膜中は気化させた金属液体ソースをプラズマリアクターへ搬送中等の、成膜以外の時間は同量の金属液体ソースを気化させベントラインへ廃棄するというシーケンスを組み、成膜プロセスの安定を計っているが、この様な装置においては金属液体のキメ細かな制御ができないために、高価な金属液体ソースを無駄に消費することとなっている。

【0013】

【発明が解決しようとする課題】本発明は上述の種々の問題点を解決し、安価で安定供給のできる気化ユニットを提供するもので、特に、既存の液体供給装置を改良し、これに適した気化器を組み合わせることによって、微少流量の金属液体を正確に制御供給でき、高価な金属液体ソースの無駄を省き、種々の特性の異なる金属液体ソースに容易に対応できる、CVD装置の気化ユニット及び気化方法を提供するものである。

## 【0014】

【課題を解決するための手段】本発明の装置に係る発明はCVD装置のための液体金属気化ユニットであって、金属液体流量コントローラーと気化器とを有し、該流量コントローラーはその流路を開閉するバルブをパルス幅及び周波数の両方により制御可能であり、該流量コントローラーにより制御された金属液体が微小粒として気化器に投入されることを特徴とする液体金属気化ユニットである。更にその気化器は、内部にヒーターブロックを有し、その室内の圧力を制御可能な容量の、例えば円筒状の気化室容器によって構成され、その蓋体部に金属ガス導出管を備えている。気化室容器には、圧力モニターゲージと圧力コントロールバルブが設けられ、ヒーターブロックの上面に金属液体が投入されるための凹所を有するか、そのブロックの上面はドーム状であることを特徴としている。本発明の方法においては、CVD装置のための金属液体の気化方法であって、気化器に投入される液体ソースは、その駆動電流をパルス幅及び周波数の両方で制御可能である流量コントローラーによって微小粒化され、この微小粒をヒーターブロック上に投入することによって順次気化すると共に、液体ソースが投入される気化器のための気化室容器内は、圧力モニターゲージ及びコントロールバルブにより常に最適圧に制御されていることを特徴とする気化方法である。

## 【0015】

【発明の実施の形態】本発明に係る実施の形態を、図1～図8によりプラズマCVD装置の例で説明する。図1は、本発明に係る気化ユニットを有する、プラズマCVD装置におけるプラズマチャンバー12への金属ガス供給装置の概略を示しており、気化ユニットへの金属液体の供給は、図9に示す従来装置と同様に、液体金属原料容器11の金属液体面上に圧送ガスを管P<sub>1</sub>から供給することによって行われる。そして、管P<sub>2</sub>を通して金属液体が流量コントローラー40に送られ、該コントローラーの制御盤40A、40Bによって夫々パルス幅及び周波数を個別に制御することで、コントロールされた微少流量の金属液体ソースは管P<sub>3</sub>を介して気化器50に送られ、更に該気化器50により気化された金属ガスが金属ガス導出管P<sub>5</sub>、バルブV<sub>1</sub>を通してプラズマチャンバー12へ送られる。

【0016】そして、気化器50にはベントラインが設けられており、そのための管P<sub>7</sub>はバルブV<sub>2</sub>を介して真空ポンプに連結することにより、該気化器50内の圧力調節及び不使用金属ガスの廃棄を可能としている。なお、キャリアガス導入管P<sub>4</sub>からは従来装置と同様にArなどのキャリアガスが気化器50へ送給される。

【0017】図2は、図1に示す液体流量コントローラー40の、特に液体定量供給バルブ41の概略を示す断面図(A)及び側面図(B)である。同図(A)に明らかなように、バルブ41の骨格をなすハウジング42は

その一方を筒状部42Aとして構成され、該ハウジング42の筒状部42A内にコア43が収容されている。ハウジング42の筒状部42A外周にはコイル44が巻回され、該コイル44の前後をコイル押えリング45、45で、更に外周を外装シート46で夫々該筒状部42Aに固定している。

【0018】ハウジング42の筒状部42Aの先端部位と、同じくハウジング42の頭部42Bとに渡って設けられた室47にはプランジャーPが収納され、該プランジャーPとコア43の端部とはスプリングSを介して連結され、コア43に対してプランジャーPが摺動可能に支持され、かつ、プランジャーPを後述する弁座48方向に付勢している。

【0019】一方、上記ハウジング頭部42Bの中心部に設けられた室47には、その端部を閉塞する状態で弁座48が挿入され、該弁座48には特に図(B)により明らかなるごとく、2個の流体通路49A、49Bが形成され、その少なくとも一方の、弁座48の中心部に位置する流体通路はノズル状に形成され、後述する気化器部分に流体を送出する吐出側通路49Bとして形成されている。なお、該吐出側通路49Bは後述するごとく、気化器50における金属液体投入管P<sub>6</sub>に連結される。

【0020】これら2個の流体通路49A、49Bの室47側端部と、上記プランジャーPの弁座48側端部との間には、プランジャーPの端面が両流体通路49A、49Bの室側端部開口と接触、離間を繰り返すことにより、該両流体通路の室側端部である開口間を遮断し、又は連通することができるよう構成されている。従つて、プランジャーPが図中左方に移動して両流体通路49A、49Bの開口間が連通状態となると、その連通状態の間、流体供給側通路49Aから流体吐出側通路49Bに、上記室47を介して流体を供給することができる。

【0021】上述のコイル44には、図1におけるコントローラー40の制御盤40A、40Bが接続されている。そして、該コイル44に印加されるパルス状電流によってコア43に吸引磁力を発生させ、スプリングSの反力に抗してプランジャーPを間欠的に摺動させ、上記バルブ41の要部である流体通路49A、49B間の断続操作を行うものである。

【0022】この様なコントローラーの制御盤40A、40Bも、その概略はインクジェットプリンター等のバルブ制御において知られているので詳細は省略されるけれども、上記コイル44に印加される電流パルスのパルス幅は、制御盤40Aによって、0.0msecから9.9msecまで0.1msec刻みに制御可能である。また、その周波数も制御盤40Bによって、1Hzから999Hzまで1Hz刻みで制御可能とされ、これらのコイル44に印加される電流のパルス幅と周波数の双方をコントロールすることによって、任意の微少液体

流量を自在にコントロールすることができるものである。更に、このバルブ開時間と回数の設定により液体の流量制御が可能となり、配管内径サイズの選択により粘度の異なる液体の制御も容易となる。

【0023】図3、図4は、上記図1に示す気化器50の異なる実施例を示している。図3において気化器50は、円筒状の気化室を有する円筒状容器51とこれを密封する蓋体52とからなり、該蓋体52の略中心部位に金属液体投入管P6が固定されている。また、該投入管P6の直下には、導入管より供給される金属液体を気化するためのヒーターブロック53が配置され、そのヒーターブロック53の内部には、気化熱供給のためのヒーター54が埋設されている。

【0024】この形式のヒーターブロック53においては、その上端面に液溜まりを構成する凹所55が形成されており、金属液体投入管P6から間欠的に投入される極少量の金属液体は、この凹所55に着弾させられる。そして、上記の気化器50は図9に示す気化器50と略同様に、円筒状容器51の下方部分と蓋体52に夫々、キャリアガス導入管P4及び金属ガス導出管P5が連結されている。また、本発明の気化器50においては円筒状容器51の上方部分にベントラインを構成するための管P7が連結されており、バルブV2を介して真空ポンプ(図示せず)に接続されている。

【0025】図4に示す形式の気化器50は、上記図3に示すものと略同様の構造であるが、この実施例においては金属ガス導出管P5を蓋体52の中心部に設けている。この様な構成とすることによって、気化器50における円筒状容器51内に生成された金属ガスは、キャリアガスに対してより均一な濃度状態でプラズマチャンバーに送給することができる。また、そのために金属液体投入管P6は上記蓋体52の周辺部に設置されているが、詳細は後述するごとく、本発明における金属液体ソースの気化器内への導入が小粒状態で間欠的にヒーターブロック53に投入着弾させられるので、金属液体ソースの導入に何ら支障を来さない。なお、管P7及びバルブV2は図3の場合と同様にベントラインを構成するものである。

【0026】図5、図6に示す実施例においては、図3、図4に示す構成の他に、管P8により接続された圧力モニター用ゲージ58の出力に応じて圧力コントローラルバルブV3の開閉を行うことで、気化器50における円筒状容器51内の圧力を任意に制御することができる。これは、ヒーターブロック53に着弾した金属液体の気化と、キャリアガス導入による圧力上昇と、プラズマチャンバー12への連結による圧力降下とによって生ずる気化器内の、特に気化部において、圧力的な平衡状態を保つために極めて重要である。そして、この様な圧力のコントロールを可能するために、気化器50自体が圧力室としての容量をもった、例えば円筒状容器51

とされている必要がある。

【0027】なお、上記図3～図6における実施例にあっては、気化室のための容器を円筒状容器51により説明しているが、本発明の気化ユニットにおける気化室のための容器の形状は、特に上記のものに限定されるものではなく、例えば普通の箱形であっても良い。

【0028】図7、図8は、上記気化器50の円筒状容器51の概略中央部に設置された、ヒーターブロック53の異なる実施例の断面を示している。図7においては、略円柱状ヒーターブロック53の上面に液溜め用凹所55が設けられ、間欠的に滴下又は飛翔により投入される極小の金属液体粒は一旦該凹所内に着弾し、気化される。この様なヒーターブロックにあっては、気化すべき金属液体の位置が確定されるので温度のポイントコントロールが容易であり、可成り気化し易い金属液体の場合に好都合である。

【0029】図8に示す他のヒーターブロック53は、図7に示すものと略同様の円柱状ブロック53の上面がドーム状面56を有している。従って、上述と同様に滴下又は飛翔させられた微小の金属液体粒は該ドーム状面56の表面頂部に着弾し、その後該ドーム状表面に沿って流下する間に気化するものである。この様なヒーターブロックにおいては、ドーム状表面に沿って流下する金属液体がより広い積でヒーターブロック表面と接触するため、熱の伝達が良好となり、蒸気圧が低い、すなわち気化し難い金属液体の場合に好都合である。なお、図7、図8に示すいずれのヒーターブロック53も、その内部にヒーター54が埋設されていて、気化される金属の種類に対応した最適温度に加熱されることを言うまでもない。

【0030】次に本願発明に係る装置について、その作動を説明する。図1に示す本発明の気化ユニットのための金属液体は、液体金属原料容器11に収納されており、圧送ガスである例えはヘリウムガスを管P1から供給することにより、その圧力で管P2から液体流量コントローラー40を介して気化器50に送給される。この時、制御盤40A、40Bを適宜に設定して、そのコイル44に印加される電流のパルス幅及び周波数を設定する。

【0031】この様にして、コイル44への印加電流のパルス幅及び周波数の積により決定される流体の極少流量に対応して、図2に示すコントローラー40のプランジャーPが間欠的に往復運動することによって、流体通路49A、49B間が開閉され、これに従って、該開時間に対応した金属液体ソースが極微小単位量だけ流体通路49B、管P6を介して、図3～図6に示す金属液体投入管P6から気化器50内に吐出される。

【0032】上記金属液体投入管P6からの金属ソースは、上記コントローラー40の制御パルス幅に対応した1回分の極微量が、金属流体粒として投入管P6先端

からヒーターブロック53に向けて投入され、そのヒーターブロック53の上面形状に対応した部位に着弾させられた後、その金属液体の特性に応じた気化態様により気化される。

【0033】図5、図6に示す気化器50には、いずれも上記図3、図4に示す構成の他に、ペントラインを構成する管P7には圧力コントロールバルブV3を、そして円筒状容器51内の圧力を検知する圧力モニターゲージ57を有する管P8を夫々設けている。そして、該圧力モニターゲージ57の出力により圧力コントロールバルブV3を作動させることによって、気化器50の円筒状容器51内の圧力を常に最適に制御可能としている。

【0034】こうして、発生した金属ガスは管P4からのキャリアガス内に拡散した状態で、管P5を通してプラズマチャンバー12に導入され、成膜時には、一定の気化を行い、金属ガス導出管P5と処理室であるプラズマチャンバー12の間のバルブV1(図1参照)を閉じて、気化器50に接続されたペントラインのバルブV2を開き、金属ガスの出口を切り替えるが、この際、上述の圧力コントロールバルブV3によって気化器内の圧力状態を一定に保つことができるものである。

#### 【0035】

【発明の効果】本発明の液体金属気化ユニット又は気化方法によれば、パルス幅と周波数の両方が制御できる流量コントローラーと、該コントローラーによって微小粒化された液体金属のための気化器とを組み合わせているので、微少流量における金属液体流量の精密なコントロールが可能となり、その気化時の温度変化、ガス圧変動等を安定させることができる。また、流量コントローラー自体も公知のものの改良で済み、より安価な気化ユニットを提供することができる。更に、気化器容器内の圧力変動を積極的にコントロール可能とする他、金属流体の種類に応じた最適の気化状態を発生させることができる等の格別の効果を奏するものである。

#### 【図面の簡単な説明】

【図1】本発明に係る液体金属気化ユニットのフロー説明図である。

【図2】流量コントローラーの断面図及び側面図である。

【図3】本発明の液体金属気化ユニットに用いられる、気化器の第1の実施例の断面略図である。

【図4】本発明の液体金属気化ユニットに用いられる、気化器の第2の実施例の断面略図である。

【図5】本発明の液体金属気化ユニットに用いられる、気化器の第3の実施例の断面略図である。

【図6】本発明の液体金属気化ユニットに用いられる、気化器の第4の実施例の断面略図である。

【図7】ヒーターブロックの第1の実施例の説明図である。

【図8】ヒーターブロックの第2の実施例の説明図である。

【図9】従来公知の液体金属気化ユニットのフロー説明図である。

【図10】従来公知のマスフローコントローラーの概略説明図である。

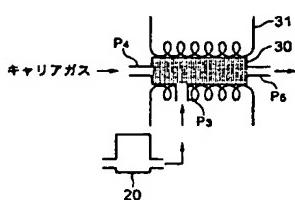
【図11】従来公知の気化器の概略説明図である。

【図12】従来公知の他の形式の気化器の概略説明図である。

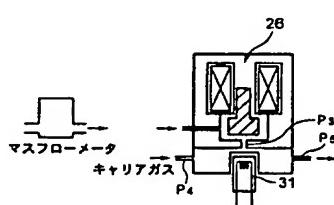
#### 【符号の説明】

- |              |              |
|--------------|--------------|
| 1 1          | 原料容器         |
| 1 2          | プラズマチャンバー    |
| 2 0          | マスフローコントローラー |
| 4 0          | コントローラー      |
| 4 2          | ハウジング        |
| 4 3          | コア           |
| 4 4          | コイル          |
| 4 7          | 室            |
| 4 8          | 弁座           |
| 4 9 A, 4 9 B | 流体通路         |
| 5 0          | 気化器          |
| 5 1          | 円筒状容器        |
| 5 3          | ヒーターブロック     |
| 5 4          | ヒーター         |
| 5 5          | 凹所           |
| 5 6          | ドーム状部        |
| 5 8          | 圧力モニター用ゲージ   |
| P            | プランジャー       |
| P 4          | キャリアガス導入管    |
| P 5          | 金属ガス導出管      |
| P 6          | 金属液体投入管      |
| V 3          | 圧力コントロールバルブ  |

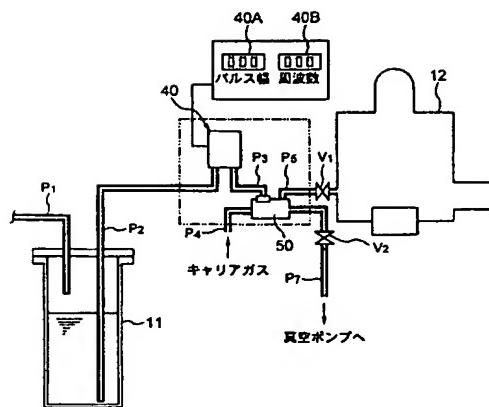
【図11】



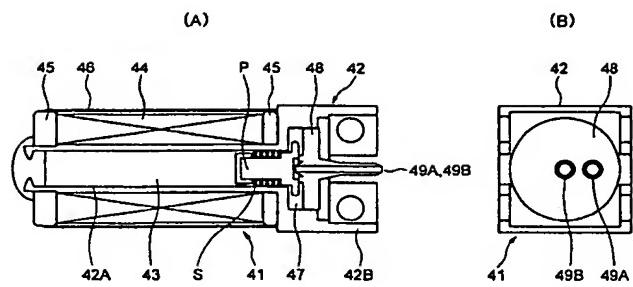
【図12】



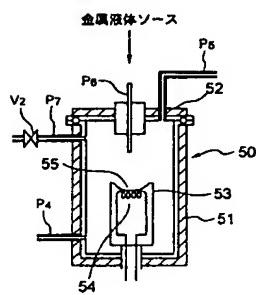
【図1】



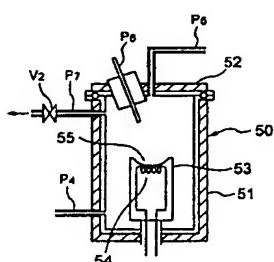
【図2】



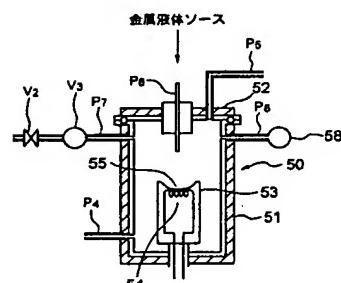
【図3】



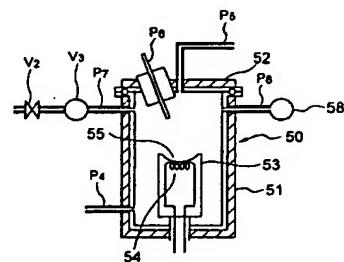
【図4】



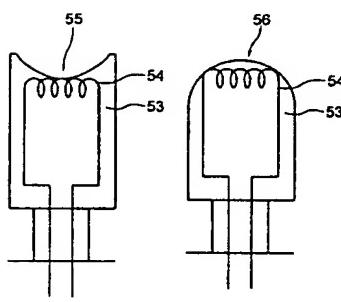
【図5】



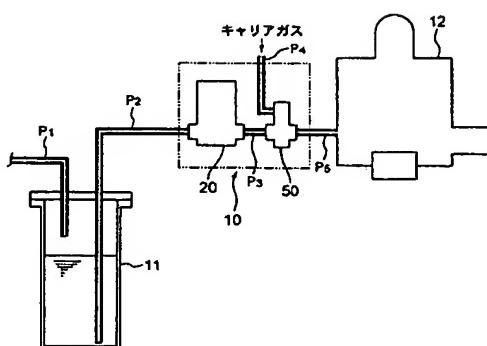
【図6】



【図7】

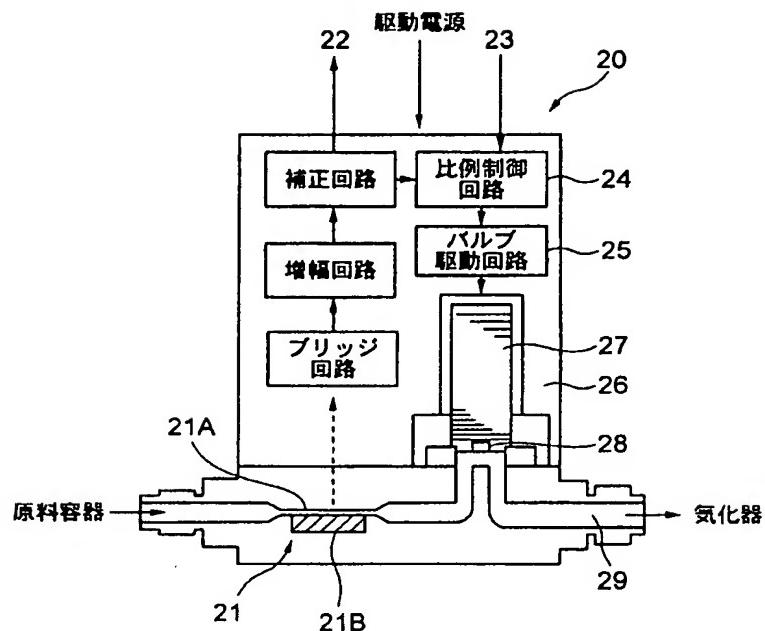


【図8】



【図9】

【図10】



フロントページの続き

(72)発明者 幸本 徹哉

東京都大田区南六郷3-19-2 株式会社  
シー・ヴィ・リサーチ内

Fターム(参考) 4K030 AA11 BA17 BA42 EA01 JA05

JA09 JA18 KA25 KA41

5F045 AA08 AB31 AC07 BB08 EE02  
EE03 EE04